



特 許 願

昭和 49 年 10 月 5 日

特許庁長官 齋 藤 英 雄 殿

1. 発 明 の 名 称

界面活性剤水溶液の濃縮方法

2. 発 明 者

千葉県船橋市大穴町 604-64
大 越 俊 昭 (外1名)

3. 特 許 出 願 人

東京都墨田区横網 1 丁目 2 番 2 2 号
ライオン油脂株式会社
代表者 小 林 宏

4. 代 理 人

東京都千代田区錦町 4 丁目 5 番 地 (〒102)
(6513) 弁護士 月 村 茂 外1名
電話東京 (263) 3861-3

明 細 書

1. 発 明 の 名 称

界面活性剤水溶液の濃縮方法

2. 特 許 請 求 の 範 囲

回転薄膜式蒸発装置を使用して界面活性剤水溶液を濃縮する方法において、界面活性剤水溶液をその沸点乃至 200℃ の温度範囲に維持しながら回転薄膜式蒸発装置内にフラッシュ導入し濃縮することを特徴とする界面活性剤水溶液の濃縮方法。

3. 発 明 の 詳 細 な 説 明

本発明は各種洗浄剤、歯磨などの配合工程に適し、あるいは輸送面において有利な高濃度の界面活性剤水溶液を得るための界面活性剤水溶液の濃縮方法である。

従来、界面活性剤の濃縮方法としては抽出法、晶析法、蒸発法等の手段が一般的に行なわれている。抽出法では溶剤を多く使用すること、使用できる溶剤が限られていること、更には後処理工程が煩雑となるなどの多くの欠点を含んで

① 日本国特許庁

公開特許公報

① 特開昭 51 - 41675

④ 公開日 昭 51. (1976) 4. 8

② 特願昭 49 - 115036

② 出願日 昭 49. (1974) 10. 5

審査請求 未請求 (全4頁)

庁内整理番号

6765 4A

7003 4A

⑤ 日本分類

13(7)B111

13(7)D1

⑤ Int. Cl²

B01D 1/22

C09K 3/00

おり、晶析法も又同様である。一方蒸発法は溶剤を使用することなく簡単な工程で濃縮できるため工業的に有利な方法である。

しかし蒸発法、例えば回転薄膜式蒸発装置を用いて界面活性剤水溶液を濃縮するには界面活性剤水溶液の回転薄膜式蒸発装置への導入時に於いて、発泡現象が起つて濃縮効率が低下すると共に凝縮水側へ界面活性剤の飛沫同伴を増加させ収率が悪く満足できるものではなかつた。

本発明者等は回転薄膜式蒸発装置を用いる蒸発法による界面活性剤水溶液の濃縮法における上記の欠点を解消すべく鋭意研究を重ねた結果、界面活性剤水溶液をその沸点乃至 200℃ の温度範囲に維持しながら回転薄膜式蒸発装置内にフラッシュ導入すればその目的が達成されることを究明し本発明を完成するに至つた。

本発明は回転薄膜式蒸発装置を使用して、界面活性剤水溶液を濃縮するに際して、界面活性剤水溶液を一定の条件下で回転薄膜式蒸発装置に導入するものである。回転薄膜式蒸発装置は

通常の種々の形式が使用可能であるが、回転翼の遠心力により界面活性剤水溶液の薄膜を形成するような回転ブレード付遠心薄膜式蒸発装置の形式が有効である。また回転薄膜式蒸発装置は界面活性剤水溶液をフラッシュ導入する必要があるから、通常のフラッシュ機能、例えばノズル等を設置したものが要求される。

前記の如き回転薄膜式蒸発装置に導入される界面活性剤は炭素数8~15のアルキル基を有するアルキルベンゼン、炭素数12~22のオレフィン、炭素数12~22のパラフィン、炭素数8~22のアルキル基を有する長鎖脂肪族1価アルコール、炭素数8~22の飽和脂肪酸エステルのスルホン化物あるいは硫酸化物の中和物、(例えば C_{12} アルキルベンゼンスルホン酸、 C_{14} α -オレフィンスルホン酸、 C_{16} パラフィンスルホン酸等のアルカリ金属塩、アンモニウム塩等)、又は高級アルコールの硫酸化物の中和物、(例えば C_{12} ~ C_{18} の合成アルコールの硫酸化物のアルカリ金属塩、アンモニウム塩等)であり、こ

きない。また界面活性剤水溶液の加熱温度が200℃以上では界面活性剤の分解、色調変化が起り、収率及び品質の面で好ましくない。

所定の温度に維持された界面活性剤水溶液は回転薄膜式蒸発装置にフラッシュ導入される。このフラッシュの膜界面活性剤水溶液は濃縮され、次いで回転薄膜式蒸発装置の蒸発面に沿って流下濃縮される。回転ブレードの回転数は特に制約されないが外周速として5 m/sec以上が好ましい。濃縮された界面活性剤水溶液と水蒸気は回転薄膜式蒸発装置に隣接する加熱分離槽へ導入し分離される。即ち濃縮された界面活性剤水溶液はこの槽内底部から取り出される。一方水蒸気はこの槽内上部から系のコンデンサー等により冷却回収処理される。

以上のような操作によつて界面活性剤水溶液は効率よく濃縮される。こうした効果を選揮する機構の詳細は明らかでないが、急激な泡沫の体積膨張のため発生した泡沫が破泡されること、また一般に界面活性剤水溶液は或る濃度以上に

これらの界面活性剤を単独又は2種以上混合したものでよい。

更に界面活性剤水溶液は界面活性剤/水の比が1~1/7であり、かつ界面活性剤濃度が10~45%の範囲のものが望ましい。界面活性剤濃度が下限(10%)以下では、たとえ界面活性剤水溶液の沸点乃至200℃の範囲内の高温でフラッシュしても発泡現象がなくなる程度まで濃縮できず、又上限(45%)以上ではフラッシュが困難となり、本発明の実施が不可能となる。

界面活性剤水溶液は回転薄膜式蒸発装置内に導入するに際して界面活性剤水溶液の沸点乃至200℃の温度に維持される。これは界面活性剤水溶液をその沸点乃至200℃、好ましくはその沸点乃至150℃に加熱すると同時に回転薄膜式蒸発装置のジャケット等に加熱蒸気を導入することにより達成される。界面活性剤水溶液の加熱温度が界面活性剤水溶液の沸点以下ではフラッシュ導入時において、発泡現象を呈し、水分蒸発効率を著しく低下させ所期の目的を達成で

なると泡沫の破泡(分解)速度が増大する性質があるため結果として、泡量が減少することによると思われる。

本発明はこれらの性質を巧みに利用し界面活性剤水溶液をその沸点以上の高温で回転薄膜式蒸発装置内にフラッシュ導入させて、蒸発と泡沫の破泡を同時に行なわしめ、さらにこれで破泡できなかった泡沫を回転ブレードによる機械的衝激により破泡し、その遠心力によつて蒸発面に押しつけることによつて、発泡及び飛沫同伴を抑制できるものと思われる。

以下、本発明を実施例によつて明らかにする。

実施例中U値とは固体壁を隔てて高温液体Iから低温液体IIへ熱が伝わる場合のすべての伝熱抵抗を考慮した総括伝熱係数、即ち本発明においては回転薄膜式蒸発装置内に於ける濃縮効率を意味する。

色調測定は下記の条件による。

試料：スルホン酸塩の5%水溶液

測定：吸光光度法

(日立(株)製、139型 分光光度計
を使用)

波長 420 mμ

スリット巾 0.05 mm

数値表示: 実測の吸光度 $(-\log T) \times 10^3$

実施例 1

α-オレフィン($C_{11} \sim C_{18}$)スルホン酸ソーダ水溶液〔活性成分、以後 AI と称す: 濃度 2.5 重量%, 色調(5% AI 水溶液) 2.5〕を伝熱面積 0.12 m²、ローター径 78 mmφ、加熱面-回転ブレード、クリアランス 1.0 mm の回転薄膜式蒸発装置内に、供給量 1.5 Kg/hr、供給温度 130℃、回転薄膜式蒸発装置のジャケット加熱蒸気圧 7 (Kg/cm²G)、およびその装置内圧力を大気圧とし、ローター回転数 2000 rpm の条件下でフラッシュ導入して濃縮を行なった結果を表-1 に示す。

比較例 1

実施例 1 と同様の回転薄膜式蒸発装置内に原料供給温度 25℃、フラッシュ導入なしの他は前記実施例 1 と同様の操作条件で濃縮を行なつ

実施例 4

リニヤアルキルベンゼン(分子量 243)のスルホン酸ソーダ水溶液〔活性成分濃度 4.2 重量%, 色調(5% AI 水溶液) 2.0〕を伝熱面積 0.12 m²、ローター径 78 mmφ、加熱面-回転ブレード、クリアランス 1.0 mm の回転薄膜式蒸発装置内に、供給量 5.0 Kg/hr、供給温度 130℃、回転薄膜式蒸発装置のジャケット加熱蒸気圧 7 (Kg/cm²G)、およびその装置内圧力は 200 mm Hg abs、ローター回転数 2000 rpm の条件下でフラッシュ導入して濃縮を行なった結果を表-1 に示す。

実施例 5

α-スルホ脂肪酸メチルエステルのソーダ塩(平均分子量 391.5)水溶液〔活性成分 13.3 重量%, クエン酸ソーダ 4.7 重量%, 色調(5% AI 水溶液) 6.0〕を伝熱面積 0.12 m²、ローター径 78 mmφ、加熱面-回転ブレード、クリアランス 1.0 mm の回転薄膜式蒸発装置内に、供給量 3.5 Kg/hr、供給温度 130℃、回転薄膜式蒸発装置の

た結果を表-1 に示す。

実施例 2

α-オレフィン($C_{11} \sim C_{18}$)スルホン酸ソーダ水溶液〔活性成分濃度 16.7 重量%, グリセリン 33.0 重量%, 色調(5% AI 水溶液) 2.5〕を伝熱面積 0.12 m²、ローター径 78 mmφ、加熱面-回転ブレード、クリアランス 1.0 mm の回転薄膜式蒸発装置内に、供給量 5.0 Kg/hr、供給温度 130℃、回転薄膜式蒸発装置のジャケット加熱蒸気圧 7 (Kg/cm²G)、およびその装置内圧力を大気圧とし、ローター回転数 2000 rpm の条件下で濃縮を行なった結果を表-1 に示す。

実施例 3

回転薄膜式蒸発装置内圧力を 200 mm Hg abs にした以外は実施例 2 と同じ条件下で濃縮を行なった結果を表-1 に示す。

比較例 2

界面活性剤水溶液の回転薄膜式蒸発装置内への供給温度を 25℃とした以外は実施例 3 と同じ条件下で濃縮を行なった結果を表-1 に示す。

ジャケット加熱蒸気圧 7 (Kg/cm²G)、およびその装置内圧力は 200 mm Hg abs、ローター回転数 2000 rpm の条件下でフラッシュ導入して濃縮を行なった結果を表-1 に示す。

実施例 6

$C_{11} \sim C_{18}$ 合成アルコールのナトリウムサルフェート水溶液〔活性成分濃度 20.0 重量%, プロピレングリコール 20.0 重量%, 色調(5% AI 水溶液) 2.0〕を伝熱面積 0.12 m²、ローター径 78 mmφ、加熱面-回転ブレード、クリアランス 1.0 mm の回転薄膜式蒸発装置内に、供給量 4.0 Kg/hr、供給温度 120℃、回転薄膜式蒸発装置のジャケット加熱蒸気圧 7 (Kg/cm²G)、およびその装置内圧力は大気圧、ローター回転数 2000 rpm の条件下でフラッシュ導入して濃縮を行なった結果を表-1 に示す。

以下余白

表 1

実施例1	比較例1	実施例2	比較例3	実施例4	比較例5	実施例6
250	250	167	167	420	133	200
734	734	490	490	560	812	587
-	-	330	330	-	47	200
25	25	25	25	20	60	20
原料アード量(%)	15	50	50	50	35	40
圧力 (mm Hg abs)	大気圧	大気圧	減圧 (200)	減圧 (200)	減圧 (200)	大気圧
フイード温度(°C)	150	25	130	25	130	130
蒸気圧(°C)	7	7	7	7	7	7
界面活性剤濃度(%)	90.2	48.5	26.1	330	205	450
水分(%)	52	469	210	16	572	340
0.0L (1X5%)	45	36	26	22	22	70
濃縮水中の界面活性剤濃度(%)	0.01	215	0.008	0.011	14.1	0.025
蒸発のV値	640	420	950	900	170	610

5. 添付書類の目録

- (1) 明細書 1通
~~(2) 図面~~
(3) 願書副本 1通
(4) 委任状 1通
(5)

5字削除

6. 前記以外の代理人発明者および特許出願人

(1) 代理人

東京都千代田区麹町4丁目5番地 (〒102)

(7147) 弁理士 佐田 守雄

電話東京 (263) 3861 ~ 3

(2) 発明者

千葉県佐倉市上志津 780

川 上 章

手続補正書

昭和 50 年 6 月 16 日

特許庁長官 斎藤 英雄 殿

1. 事件の表示

昭和 49 年 特 許 願 第 115036 号

2. 発明の名称

界面活性剤水溶液の濃縮方法

3. 補正をする者

特許出願人

東京都墨田区横綱1丁目2番22号

ライオン油脂株式会社

代表者 小林 安

4. 代理人

東京都千代田区麹町4丁目5番地 (〒102)

弁理士 (6513) 月 村 茂

電話東京 (263) 3861 ~ 3

外1名

5. 補正の対象

明細書の「発明の詳細な説明」の欄

6. 補正の内容

- 明細書第7頁10～11行目、第8頁7行目、第9頁5～6行目、18行目、第10頁10行目の「ブレード、クリアランス」を「ブレードクリアランス」と訂正する。
- 同第8頁14行目、第9頁10行目、第10頁2行目の「abs」を「abs.」と訂正する。
- 同第11頁表-1の比較例2の結果の欄の「141」を「14.1」に「170」を「570」に訂正する。

以上